

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

BEST AVAILABLE COPY

(11)Publication number : 2003-221332

(43)Date of publication of application : 05.08.2003

(51)Int.Cl.

A61K 31/23  
A61K 9/107  
A61K 31/575  
A61K 47/14  
A61K 47/26  
A61K 47/34  
A61P 3/04  
A61P 3/06  
// A23C 11/00  
A23L 1/19  
A23L 1/24  
A23L 1/30  
A23L 1/39

(21)Application number : 2002-016942

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 25.01.2002

(72)Inventor : SAKUTA TOSHITAKA

IMAI HIDENARI

ISHIZUKA NOBUTERU

## (54) OIL-IN-WATER TYPE EMULSION COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an oil-in-water type emulsion composition having a quite excellent emulsion stability.

SOLUTION: In this oil-in-water type emulsion composition consisting of the oil phase wherein, 70 wt.% or more of the constitutional fatty acids contain 15 wt.% or more of diglycerides of unsaturated fatty acids, and the aqueous phase containing water, the oil-in-water type emulsion composition contains the ingredients (I) and (II), wherein (I) is 1.2 to 20 wt.% of a plant sterol, and (II) is 0.1 to 5 wt.% of an emulsifying agent having a 10 or higher HLB value.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

27.12.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-221332

(P2003-221332A)

(43) 公開日 平成15年8月5日 (2003.8.5)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード <sup>*</sup> (参考)
A 6 1 K 31/23		A 6 1 K 31/23	4 B 0 0 1
9/107		9/107	4 B 0 1 8
31/575		31/575	4 B 0 2 5
47/14		47/14	4 B 0 3 6
47/26		47/26	4 B 0 4 7
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2002-16942 (P2002-16942)

(22) 出願日 平成14年1月25日 (2002.1.25)

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 作田 利隆

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社  
社研究所内

(72) 発明者 今井 秀成

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社  
社研究所内

(74) 代理人 100068700

弁理士 有賀 三幸 (外6名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 水中油型乳化組成物

(57) 【要約】

【解決手段】 構成脂肪酸の70重量%以上が、不飽和脂肪酸であるジグリセリドを15重量%以上含有する油相と、水を含む水相とからなる水中油型乳化組成物において、次の成分 (I) 及び (II)、(I) 植物ステロール 1.2~20重量%

(II) HLB値10以上の乳化剤 0.1~5重量%を含有する水中油型乳化組成物。

【効果】 本発明の水中油型乳化組成物は、乳化安定性に極めて優れている。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 構成脂肪酸の70重量%以上が不飽和脂肪酸であるジグリセリドを15重量%以上含有する油相と、水を含む水相とからなる水中油型乳化組成物において、次の成分(I)及び(II)、(I)植物ステロール

1. 2~20重量%

(II)HLB値10以上の乳化剤 0.1~5重量%を含有する水中油型乳化組成物。

【請求項2】 (II)の乳化剤が、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル及びポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステルから選ばれる1種又は2種以上の組み合わせである請求項1記載の水中油型乳化組成物。

【請求項3】 水相のpHが1~6である請求項1又は2記載の水中油型乳化組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、体脂肪蓄積抑制作用を有するジグリセリドと血中コレステロール低下作用を有する植物ステロールとを含有し、乳化安定性に極めて優れた水中油型乳化組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、油脂の多い食生活への変化に伴い、油脂の過剰摂取が肥満、体脂肪の増加を助長すると共に、野菜類の摂取不足が、血中コレステロールの上昇を促し、生活習慣病を引き起こす原因の一つになっている。これまでの研究から、ジグリセリドに体脂肪蓄積抑制作用があることが知られている(特開平4-300826号、特開平10-176181号等)。更に、ジグリセリドに植物ステロールを組み合わせることで、顕著な血中コレステロール低下作用が発現することが報告されている(WO99/48378号)。このようにユニークな健康機能を有するジグリセリドと植物ステロールを組み合わせた組成物の開発は、医療費の高騰を背景に、医療が治療から予防へとシフトしている中で、現代社会にとって極めて重要な意味をもつ。同公報によれば、このジグリセリドと植物ステロールを両方含有する水中油型乳化組成物を調製することができる。ところが、両者を単に配合しただけでは、乳化安定性が十分でない。すなわち、これらの乳化組成物を含む製品の輸送時の物理的要因により乳化が破壊し、油相と水相が分離してしまうという問題がある。

【0003】一方、ジグリセリドを含む水中油型乳化物の安定性を向上するために、特定のリン脂質や蛋白質等を用いる技術があるが(特開平3-91451号、特開平3-91460号、特開平3-89936号、特開2001-138号等)、植物ステロールが一定量を超えると乳化安定性が得られない、酵素処理した卵黄を必須とするので風味が限定されてしまう等の問題が生じている。更に、特開2001-220595号では、特定の

ポリグリセリン脂肪酸エステルにより、高濃度の植物ステロールを油脂に溶解させる技術が開示されている。しかし、ここに開示されているポリグリセリン脂肪酸エステルを用いて水中油型乳化物を製造した場合には、乳化安定性が十分でない。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、ジグリセリドと植物ステロールを含有し、乳化安定性の優れた水中油型乳化組成物を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記課題について検討したところ、ジグリセリドを含む油相成分、植物ステロール及び水相成分を含む組成物は、レシチン等のHLB値の小さい乳化剤では安定な水中油型乳化物が得られず、これらの組成物をHLB値10以上の乳化剤を特定量用いて乳化すれば、安定性の極めて良好な水中油型乳化組成物が得られることを見出した。

【0006】本発明は、構成脂肪酸の70重量%以上が不飽和脂肪酸であるジグリセリドを15重量%以上含有する油相と、水を含む水相とからなる水中油型乳化組成物において、次の成分(I)及び(II)、(I)植物ステロール

1. 2~20重量%

(II)HLB値10以上の乳化剤 0.1~5重量%を含有する水中油型乳化組成物を提供するものである。

## 【0007】

【発明の実施の形態】本発明の水中油型乳化組成物に用いられる油相は、構成脂肪酸の70重量%以上が不飽和脂肪酸であるジグリセリドを15重量%以上含有する。十分な乳化安定性を得るには、ジグリセリドの構成脂肪酸中の不飽和脂肪酸が70重量%以上必要である。好ましい不飽和脂肪酸量は70~100重量%、更に80~100重量%であり、特に90~100重量%が好ましい。当該不飽和脂肪酸としては、炭素数8~24、特に16~22の不飽和脂肪酸が乳化安定性、体脂肪蓄積抑制効果等の生理効果発現の点で好ましい。

【0008】また当該不飽和脂肪酸としては $\omega$ 3系不飽和脂肪酸、 $\omega$ 6系不飽和脂肪酸及び $\omega$ 9系不飽和脂肪酸から選ばれる1種又は2種以上が含まれているのが、前記生理効果発現の点から好ましい。ここで、 $\omega$ 3系不飽和脂肪酸は、 $\omega$ 位から3番目の炭素原子に最初の不飽和結合が位置し、且つ不飽和結合を2個以上有する不飽和脂肪酸である。具体的には、 $\alpha$ -リノレン酸、ステアリドン酸、エイコサペンタエン酸、ドコサヘキサエン酸等が挙げられるが、 $\alpha$ -リノレン酸が特に好ましい。生理効果増強、酸化安定性の点で、 $\alpha$ -リノレン酸の含有量は、15~70%、特に20~60%であることが好ましい。 $\omega$ 9系不飽和脂肪酸としては、炭素数8~24、好ましくは16~22のオレイン酸、エイコサモノエン酸、ドコサモノエン酸等が挙げられ、特にオレイン酸が好ましい。 $\omega$ 6系不飽和脂肪酸としては、炭素数18~

22のリノール酸、γ-リノレン酸等が好ましい。これらのうち、特に、酸化安定性、生理活性発現の点から、リノール酸/オレイン酸の含有重量比が0.01~2.0、特に0.1~1.8、更に0.3~1.7であることが望ましい。残余の構成脂肪酸として、炭素数8~24、好ましくは14~22の飽和脂肪酸が挙げられる。

【0009】油相中のジグリセリドの含有量は、前記生理効果の点から、15重量%以上であるが、好ましくは20~98.7重量%、より好ましくは40~95重量%、更に好ましくは60~95重量%、特に80~95重量%である。ジグリセリドには、1,2-ジグリセリドと1,3-ジグリセリドがあるが、1,3-ジグリセリドが好ましい。油脂中の1,3-ジグリセリド含有量が15重量%以上であると、血中中性脂肪抑制効果及び体脂肪蓄積抑制効果が特に優れている。従って、本発明においても1,3-ジグリセリドの割合が高いジグリセリドを使用し、1,3-ジグリセリドの割合が15重量%以上、特に40重量%以上のグリセリド混合物を用いるのが好ましい。油相中のモノグリセリドの含有量は、乳化性、風味の点で5%以下、更に0.1~2%、特に0.1~1.5%であることが好ましい。モノグリセリドの構成脂肪酸は、ジグリセリドと同じであることが、工業的生産性の点で好ましい。油相中のトリグリセリドの含有量は、0~83.8%、好ましくは0~78.7%、更に2.9~57.9%、特に2.9~37.9%、最も好ましくは、2.9~17.9%であることが、風味、安定性の点でよい。

【0010】上記油脂は、例えば(1)油脂とグリセリンとエステル交換反応をするか、又は(2)脂肪酸とグリセリンを用いてエステル化反応することにより製造できる。これらの反応は、アルカリ(土類)金属の水酸化物触媒による化学的反応又は酵素による反応のどちらでもよい。工業的に高純度のジグリセリドを製造する場合は、(1)の方法による化学的反応では、着色等の油脂の劣化を招きやすいので、(2)の方法による酵素反応が好ましい。更に、脱酸、水洗、脱臭等の精製を施すことにより、風味、安定性のよいものが得られる。

【0011】ここで用いる原料脂肪酸としては油脂100重量部に対し、水を20~180重量部加えて、水蒸気分解又は酵素分解して得られる脂肪酸、部分加水分解物が挙げられる。このようにして得られる脂肪酸を用い、1,3位選択的リパーゼの存在下、脱水条件下でエステル化反応することにより、80重量%以上の高純度の、変色の少ない淡色(ロビボンダにて10R+Y値が20以下)のジグリセリド混合物(トリグリセリド20重量%未満、モノグリセリド5重量%未満)を収率よく得ることができる。また、本発明において原料として使用する油脂は、一般的な食用油脂であれば特に限定されず、天然の動植物油脂の他、それらにエステル交換、水素添加、分別等を施した加工油脂が挙げられる。

好ましくは、大豆油、ナタネ油、米糠油、ひまわり油、綿実油、アマニ油、エゴマ油、コーン油等の植物油及びそれらの加工油脂が用いられる。本発明において、組成物に抗酸化剤を添加することが好ましい。抗酸化剤は、通常、食品に使用されるものであればいずれでもよいが、天然抗酸化剤、トコフェロール、アスコルビン酸脂肪酸エステル、BHT、BHAから選ばれる1種以上が好ましく、天然抗酸化剤、トコフェロール、アスコルビン酸、パルミチン酸エステルから選ばれる1種以上が特に好ましい。抗酸化剤は、油相、水相どちらにも配合できるが、油相への添加が好ましい。特に好ましい抗酸化剤の含有量は、油相中50~5000ppm、更に200~2000ppmである。

【0012】本発明の水中油型乳化組成物中の油相と水相の重量比率は、乳化性、乳化安定性、保存性、風味の点から1:99~99:1、好ましくは10:90~75:25、特に20:80~60:40であるのが望ましい。

【0013】成分(I)の植物ステロールとしては、血中コレステロール低下作用の点から、α-シトステロール、β-シトステロール、スチグマステロール、カンペステロール、α-シトスタノール、β-シトスタノール、スチグマスタノール、カンペスタノール、シクロアルテノール等及びこれらの脂肪酸エステル、フェルラ酸エステル、桂皮酸エステル、配糖体などが好ましいものとして挙げられる。特に、脂肪酸とエステル結合したエステル体と、エステル化されていない非エステル体とを組合せて用いるのが、乳化安定性、コスト等の点から好ましく、そのモル比率は、90:10~30:70、特に80:20~50:50が望ましい。

【0014】本発明の水中油型乳化組成物中の成分

(I)の含有量は、前記生理活性の発現性及び乳化安定性の点から、1.2~20重量%であるが、1.2~8重量%、特に2~5重量%が好ましい。成分(I)は、油相及び/又は水相に配合することができるが、油相への配合が好ましい。特に、油相中の成分(I)の含有量は、乳化安定性の点から、5~20%、更に6~13%、特に7~12%であるのが望ましい。なお、成分(I)は、その種類により、一部が水相に微小結晶として分散する場合もあるが、この場合も本発明に含まれる。

【0015】成分(II)は、本発明の水中油型乳化組成物の乳化安定性の点から、HLB値10以上の乳化剤であることが必要である。乳化剤のHLB値が10未満では安定な水中油型乳化物を形成することができない。好ましいHLB値は10~20であり、より好ましくは11~16、特に11~14である。ここでHLB値は、Griffinの式(J. Soc. Cosmet. Chem., 1, 311(1949))により求めた値である。また、本発明におけるHLB値は、乳化剤を2種以上使用した場合はその混合物としてのH

LB値であり、その場合には、各乳化剤のHLB値の重量平均から求めることができる。

【0016】当該HLB値10以上の乳化剤としては、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル及びポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステルから選ばれる1種又は2種以上が例示されるが、特にポリグリセリン脂肪酸エステルが好ましい。ここで乳化剤を構成する脂肪酸としては、炭素数8～24、更に炭素数14～22のものが好ましく、特に炭素数16～20の飽和脂肪酸が最も好ましい。

【0017】本発明水中油型乳化組成物中の成分(II)の含有量は、乳化安定性、風味の点から0.1～5重量%であることが必要であるが、好ましくは0.2～4重量%、更に好ましくは0.2～3重量%である。0.1重量%未満では安定な水中油型乳化物を調製することができず、5重量%を超えると乳化剤特有の風味が感じられ好ましくない。成分(II)は、油相及び／又は水相に配合することができるが、水相への配合が好ましい。特に、水相中の成分(II)の含有量は、乳化安定性の点から、0.2～5%、更に0.3～4%、最も好ましくは0.5～3%であるのが望ましい。

【0018】本発明の水中油型乳化組成物には、油相の副成分として、前記成分の外、成分(II)以外の乳化剤、酸化剤等を配合できる。また、水を基質とする水相には、前記成分の外、成分(II)以外の乳化剤、酸化剤、食塩、糖、アミノ酸等の調味料、蛋白質、多糖類等を配合できる。水相のpHが1～6、更に2～6、特に3～5の酸性水中油型乳化組成物とするのが、保存性の点から好ましい。水相のpHを調節するために米酢、酒粕酢、リンゴ酢、ブドウ酢等の食酢、及び／又はクエン酸等の有機酸、リン酸等の無機酸、レモン果汁等の酸味料を使用できる。

【0019】本発明の水中油型乳化組成物には、更にス

ジグリセリド含有油脂	
グリセリド組成 <sup>a1</sup>	重量%
トリグリセリド	12.6
ジグリセリド	86.2
1, 3-ジグリセリド	50.3
1, 2-ジグリセリド	25.9
モノグリセリド (MG)	1.0
遊離脂肪酸 (FA)	0.2
ジグリセリド構成脂肪酸組成 <sup>a2</sup>	
C16:0	3.0
C18:0	1.1
C18:1 (ω9)	37.7
C18:2 (ω6)	48.7
C18:3 (ω3)	8.1

<sup>a1</sup>:トリメチルシリル化後、ガスクロマトグラフィーで測定

<sup>a2</sup>:メチル化後、ガスクロマトグラフィーで測定

【0024】実施例1～3において、下記乳化剤を使用した。

乳化剤a：デカグリセリンモノステアレート（HLB値

パイス、フレーバー等の香味料、着色料、保存料、安定剤等を加えることもできる。

【0020】本発明の水中油型乳化組成物は、前記成分(I)及び(II)を必須成分として含有し、主にジグリセリドを含む油相と、主に水を含む水相とを常法に従い、乳化機等を用いて混合、攪拌することにより製造できる。この際、乳化温度を25～95℃、好ましくは30～80℃とするのが、乳化性の点でよい。

【0021】本発明の水中油型乳化組成物は、ドレッシング、コーヒーホワイトナー、スープ、ソース、飲料、焼肉のタレ、ホイップクリーム、アイスクリーム等の油脂加工商品に広範に適用できる他、医薬品、飼料等にも利用できる。特に組成物の粘度（B8H型粘度計、東京計器社製による測定）が10～50000mPa・s、好ましくは500～20000mPa・s、更に好ましくは1000～10000mPa・sの形態、例えば乳化ドレッシング等の安定なものは従来得られておらず、特に好ましい。

【0022】

【実施例】ジグリセリド含有油脂の製造：大豆脂肪酸をウインタリングして飽和脂肪酸を低減させたもの455重量部と菜種脂肪酸195重量部とグリセリン107重量部とを、固定化1, 3-位選択リパーゼである市販リパーゼ製剤（商品名：「Lipozyme IM」、ノボインダストリーA.S.社製）を触媒として、0.07hPaで40℃5時間エステル化を行った。次いで、リパーゼ製剤を濾過した後、235℃で分子蒸留を行った。水洗した後、235℃で1時間脱臭して、ジグリセリド含有油脂を製造した。分析値を表1に示す。該油脂100重量部に対して、ビタミンE（エーザイ社製：E-ミックス50L）を0.02重量部加え、以下の実験に使用した。

【0023】

【表1】

=12、太陽化学社製、サンソフトQ-18S)

乳化剤b：ソルビタンラウレート（HLB値=8.9、花王社製、レオドールスーパーSP-L10)

乳化剤c: ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノステアレート(HLB値=14.9、花王社製、レオドールTW-S120)

乳化剤d: ショ糖ステアリン酸エステル(HLB値=15、三菱化学フーズ社製、S-1570)

乳化剤e: ペンタグリセリントリミリステート(HLB値=8、太陽化学社製、サンソフトA-143E)

【0025】実施例1~3において、下記植物ステロールを使用した。

植物ステロール1: フィトステロールF(重量平均分子量390.9、タマ生化学工業社製)

植物ステロール2: CANOLA STERYLESTERS(重量平均分子量673.7、ADM社製)

【0026】乳化物の評価方法: 実施例1~3で調製した乳化物を容量250mLのPET製ボトル(高さ15.7cm、直径4.5cm)に230mL充填し、密栓した。これを20℃で1日保存したものをサンプルとし、以下の方法で評価した。

【0027】(1) 初期乳化性

サンプルの外観を目視で、下記基準により評価した。

A: 均一な白色で、乳化性良好である。

B: 油浮きがなく乳化しているが、一部凝集・ゲル化している。

C: 乳化物表面に油浮きが存在し、乳化性やや不良である。

D: 油相と水相が分離し、乳化性不良である。

【0028】(2) 乳化安定性(強制試験)

10mLスピッツ遠沈管にサンプル10gを入れ、遠心分離機(日立製作所製、himac CR5B2型)を用いて25℃、1000r/minで25分間、次いで3000r/minで10分間遠心分離を行った。遠心分離後、分離した油相量を測定し、体積分率で示した。

【0029】(3) 乳化安定性(40℃、30日保存後)

上記PET製ボトルに充填したサンプルを、40℃にて30日間静置後、サンプル上層に遊離した油分の厚さを測定した。この数値をオイルオフ高さ(mm)とし、乳化安定性の指標とした。

(4) 粘度

上記PET製ボトルに充填したサンプルを手で上下に10往復振とうした後、容量100mLのガラス製ビーカー

に110g入れた。次いで、速やかにB8H型粘度計(東京計器社製)にて、粘度を測定した(20℃、ローターNo. 5、5rpm、30秒値)。

【0030】実施例1 フレンチドレッシング(本発明品1~6、比較品1~4)

表2の配合(全量600g)で、均一な水相を調製し、乳化機(特殊機化工業社製、T. K. HOMODISPER MODEL 2.5)を用いて4000r/minで攪拌しながら、85℃10分間加熱した。次いで、水相を4000r/minで攪拌しながら、予め80℃に加熱溶解しておいた油相を1分間かけて添加、予備乳化し、更に1分間仕上げ乳化を行った(乳化物温度75~80℃)。得られた乳化物を放冷後、20℃に1日保存し、上記方法にて初期乳化性及び強制試験による乳化安定性の評価を行った。また40℃に30日間保存した後、上記方法にて乳化安定性を評価した。

【0031】評価結果を表3に示す。乳化剤a(HLB値=12)を1%使用した本発明品1、6の初期乳化性、乳化安定性は極めて良好であった。同様に、乳化剤b(1.15重量%)と乳化剤c(1.35重量%)とを併用した本発明品2の初期乳化性、乳化安定性は非常に良好であった(重量平均から求めた乳化剤のHLB値=12)。エステル体の多い植物ステロールを使用した場合にも同様な結果が得られた。すなわち、乳化剤d(HLB値=15)を1重量%添加した本発明品3は、良好な初期乳化性、乳化安定性を示した。また、乳化剤aを0.2重量%配合した本発明品4も、非常に良好な初期乳化性、乳化安定性を示した。乳化剤aを1重量%配合し、かつエステル体の多い植物ステロールを使用した本発明品5も、極めて良好な初期乳化性、乳化安定性を示した。一方、乳化剤aを0.06重量%配合した比較品1及び乳化剤e(HLB値=8)を1重量%添加した比較品2では、初期乳化性で一部凝集・ゲル化がみられ、乳化安定性は良好でなかった。乳化剤を加えていない比較品3は、油相と水相が分離して乳化することができなかった。乳化剤b(HLB値=8.9)を1.15重量%配合した比較品4は、初期乳化性で、一部凝集・ゲル化がみられ、乳化安定性は良好ではなかった。

【0032】

【表2】

フレンチドレッシング配合 (重量部)	本発明品						比較品			
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4
乳化剤a	1.0	0	0	0.2	1.0	1	0.06	0	0	0
乳化剤b	0	1.15	0	0	0	0	0	0	0	1.15
乳化剤c	0	1.35	0	0	0	0	0	0	0	0
乳化剤d	0	0	1.0	0	0	0	0	0	0	0
乳化剤e	0	0	0	0	0	0	0	1.0	0	0
水	42.80	41.30	42.80	43.60	42.80	37.83	43.74	42.80	43.80	42.65
食酢(酸度1.0%)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	8.64	10.0	10.0	10.0	10.0
上白糖	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	4.3	5.0	5.0	5.0	5.0
レモン果汁	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
食塩	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.0	3.5	3.5	3.5	3.5
グルタミン酸ナトリウム	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
香辛料	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08
クエン酸	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
キサンタンガム	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.04	1.2	1.2	1.2	1.2
水相計	64.0	64.0	64.0	64.0	64.0	55.3	64.0	64.0	64.0	64.0
水相の $\eta$	3.3	3.3	3.3	3.3	3.3	3.3	3.3	3.3	3.3	3.3
植物ステロール1	3.3	3.3	0.53*	0.53*	0.53*	4.1	3.3	3.3	3.3	3.3
植物ステロール2	0	0	2.77*	2.77*	2.77*	0	0	0	0	0
ジグリセリド含有油脂	32.7	32.7	32.7	32.7	32.7	40.6	32.7	32.7	32.7	32.7
油相計	36.0	36.0	36.0	36.0	36.0	44.7	36.0	36.0	36.0	36.0

\* 植物ステロール中、非エステル体/エステル体=25/75 (モル%)

【0033】

【表3】

フレンチドレッシング	本発明品						比較品			
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4
初期乳化性	A	A	A	A	A	A	D	B	D	B
乳化安定性(%) (強制試験)	0	0	8	0	0	0	n.l.	25	n.l.	23
乳化安定性(オイルオフ) (40℃; 30日) 高さ(mm)	0	0	3	0	0	0	n.l.	9	n.l.	5
粘度 mPa・s	5600	5500	8800	5700	5600	9900	12100	25300	11000	17600

n.l.: 乳化できず、測定不可

【0034】実施例2 コーヒーホワイトナー(本発明品7)

表4の配合(全量600g)で、均一な水相を調製し、乳化機(実施例1と同じ)を用いて4000r/minで攪拌しながら、85℃10分間加熱した。続いて水相を45℃に冷却後、4000r/minで攪拌しながら、予め45℃に加熱溶解しておいた油相を1分間かけて添加、予備乳化し、更に1分間仕上げ乳化を行った(乳化物温度30~35℃)。得られた乳化物を放冷後、20℃に1日保存し、上記方法(1)及び(2)にて評価を行った。評価結果を表5に示す。乳化剤b(0.78重量%)と乳化剤d(0.72重量%)とを使用した本発明品7の初期乳化性、乳化安定性(強制試験)は良好であった(重量平均から求めた乳化剤のHLB値=12)。

【0035】

【表4】

コーヒーホワイトナー配合(重量部)	本発明品
7	
乳化剤b	0.78
乳化剤d	0.72
水	70.0
脱脂粉乳	7.5
カゼインナトリウム	1.0
水相計	80.0
植物ステロール1	1.45
ジグリセリド含有油脂	18.55
油相計	20.0

【0036】

【表5】

コーヒーホワイトナー	本発明品
7	
初期乳化性	A
乳化安定性(%) (強制試験)	4

【0037】実施例3 コーンスープ(本発明品8)

表6の配合(全量600g)で、均一な水相を調製し、乳化機(実施例1と同じ)を用いて4000r/minで攪拌しながら、85℃10分間加熱した。続いて水相を45℃に冷却後、4000r/minで攪拌しながら、予め45℃に加熱溶解しておいた油相を1分間かけて添加、予備乳化し、更に1分間仕上げ乳化を行った(乳化物温度

30～35℃)。得られた乳化物を放冷後、20℃に1日保存し、上記方法(1)及び(2)にて評価を行った。評価結果を表7に示す。乳化剤aを0.4%使用した本発明品8の初期乳化性、乳化安定性(強制試験)は極めて良好であった。

【0038】

【表6】

コーンスープ配合(重量部)	本発明品
	8
乳化剤a	0.4
水	64.6
乳糖	3.3
スイートコーン粉末	2.1
脱脂粉乳	1.8
上白糖	1.1
α化デンプン	0.9
食塩	0.5
グルタミン酸ナトリウム	0.2
オニオンエキス	0.1
水相計	75.0
植物ステロール1	1.45
ジグリセリド含有油脂	23.55
油相計	25.0

【0039】

【表7】

コーンスープ	本発明品
	8
初期乳化性	A
乳化安定性(%) (強制試験)	0

【0040】

【発明の効果】本発明のジグリセリドと植物ステロール、特定の乳化剤及び水相成分を含有する水中油型乳化組成物は、乳化安定性に極めて優れている。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

テームコード(参考)

A 6 1 K 47/34  
A 6 1 P 3/04  
3/06  
// A 2 3 C 11/00  
A 2 3 L 1/19  
1/24  
1/30  
1/39

A 6 1 K 47/34  
A 6 1 P 3/04  
3/06  
A 2 3 C 11/00  
A 2 3 L 1/19  
1/24  
1/30  
1/39

4 C 0 7 6  
4 C 0 8 6  
4 C 2 0 6

A  
Z

(72) 発明者 石塚 信輝

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社  
社研究所内



Fターム(参考) 4B001 AC06 AC07 AC15 AC40 BC02  
BC08 EC05  
4B018 LB07 LB10 MD07 MD14 MD48  
ME14 MF02  
4B025 LB20 LG11 LG21 LG24 LG41  
4B036 LC05 LE02 LF01 LH08 LH13  
LH21 LK03  
4B047 LB02 LB09 LE03 LF08 LG05  
LG10 LG37 LG66 LP02  
4C076 AA17 CC14 CC21 DD03F  
DD08F DD09F DD46F DD68F  
FF16  
4C086 AA01 AA02 DA11 MA03 MA05  
MA09 MA22 NA05 NA14 ZA70  
ZC21 ZC33 ZC75  
4C206 AA01 AA02 DB06 MA03 MA05  
MA21 MA42 NA05 NA14 ZA70  
ZC21 ZC33 ZC75

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-221332

(43)Date of publication of application : 05.08.2003

(51)Int.Cl.

A61K 31/23  
A61K 9/107  
A61K 31/575  
A61K 47/14  
A61K 47/26  
A61K 47/34  
A61P 3/04  
A61P 3/06  
// A23C 11/00  
A23L 1/19  
A23L 1/24  
A23L 1/30  
A23L 1/39

(21)Application number : 2002-016942

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 25.01.2002

(72)Inventor : SAKUTA TOSHITAKA  
IMAI HIDENARI  
ISHIZUKA NOBUTERU

## (54) OIL-IN-WATER TYPE EMULSION COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an oil-in-water type emulsion composition having a quite excellent emulsion stability.

SOLUTION: In this oil-in-water type emulsion composition consisting of the oil phase wherein, 70 wt.% or more of the constitutional fatty acids contain 15 wt.% or more of diglycerides of unsaturated fatty acids, and the aqueous phase containing water, the oil-in-water type emulsion composition contains the ingredients (I) and (II), wherein (I) is 1.2 to 20 wt.% of a plant sterol, and (II) is 0.1 to 5 wt.% of an emulsifying agent having a 10 or higher HLB value.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

27.12.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] the oil-in-water type emulsification constituent which consists of an oil phase which contains the diglyceride whose 70% of the weight or more of a configuration fatty acid is unsaturated fatty acid 15% of the weight or more, and aqueous phase containing water -- setting -- a component (I) and (following II), and following (I) plant sterol With a 1.2 - 20-% of the weight (II) HLB values of ten or more emulsifier Oil-in-water type emulsification constituent containing 0.1 - 5 % of the weight.

[Claim 2] The oil-in-water type emulsification constituent according to claim 1 whose emulsifiers of (II) are one sort or two sorts or more of combination chosen from polyglyceryl fatty acid ester, sucrose fatty acid ester, a sorbitan fatty acid ester, and polyoxyethylene sorbitan fatty acid ester.

[Claim 3] The oil-in-water type emulsification constituent according to claim 1 or 2 whose pH of the aqueous phase is 1-6.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

**[Detailed Description of the Invention]****[0001]**

**[Field of the Invention]** This invention contains the diglyceride which has body fat are recording depressant action, and the plant sterol which has a blood cholesterol level fall operation, and relates to the oil-in-water type emulsification constituent which was extremely excellent in emulsion stability.

**[0002]**

**[Description of the Prior Art]** While superfluous intake of fats and oils promotes obesity and the increment in body fat with change on eating habits with much fats and oils in recent years, the lack of intake of greenstuff stimulates the rise of a blood cholesterol level, and has become one of the causes which cause a lifestyle-related disease. From old research, it is known that body fat are recording depressant action is in diglyceride (JP,4-300826,A, JP,10-176181,A, etc.). Furthermore, it is reported that a remarkable blood cholesterol level fall operation is discovered by combining plant sterol with diglyceride (WO 99/No. 48378). Thus, development of the constituent which combined the diglyceride which has a unique health function, and plant sterol has semantics very important for modern society, while medicine has shifted from a therapy to prevention against the background of the jump of a health care cost. According to this official report, the oil-in-water type emulsification constituent containing both this diglyceride and plant sterol can be prepared. However, it is not enough as emulsion stability just to have blended both. That is, emulsification breaks according to the physical factor at the time of transportation of the product containing these emulsification constituents, and there is a problem that an oil phase and the aqueous phase will dissociate.

**[0003]** On the other hand, in order to improve the stability of the oil-in-water type emulsification object containing diglyceride, there is a technique of using specific phospholipid, protein, etc., but since the yolk with which emulsion stability is not obtained and which carried out enzyme processing will be made indispensable if plant sterol exceeds a constant rate (JP,3-91451,A, JP,3-91460,A, JP,3-89936,A, JP,2001-138,A, etc.), the problem of flavor being limited has arisen. Furthermore, in JP,2001-220595,A, the technique of dissolving high-concentration plant sterol in fats and oils is indicated by specific polyglyceryl fatty acid ester. However, emulsion stability is not enough when an oil-in-water type emulsification object is manufactured using the polyglyceryl fatty acid ester currently indicated here.

**[0004]**

**[Problem(s) to be Solved by the Invention]** Therefore, the purpose of this invention contains diglyceride and plant sterol, and is to offer the oil-in-water type emulsification constituent which was excellent in emulsion stability.

**[0005]**

**[Means for Solving the Problem]** When this invention person examined the above-mentioned technical problem, the constituent containing the oil phase component, the plant sterol, and the aqueous-phase component containing diglyceride found out that a stable oil-in-water type emulsification object is not obtained, but the very good oil-in-water type emulsification constituent of stability would be obtained [ emulsifier / with an HLB values of ten or more ] in these constituents if [ for the amounts of specification ] \*\*\*\* emulsification is carried out in the emulsifier with small HLB values, such as lecithin.

**[0006]** It sets to the oil-in-water type emulsification constituent which consists of an oil phase which contains the diglyceride whose 70% of the weight or more of a configuration fatty acid is unsaturated fatty acid 15% of the weight or more, and aqueous phase containing water, and this invention is the following component (I) and

(II), and (I) plant sterol. With a 1.2 - 20-% of the weight (II) HLB values of ten or more emulsifier The oil-in-water type emulsification constituent containing 0.1 - 5 % of the weight is offered.

[0007]

[Embodiment of the Invention] The oil phase used for the oil-in-water type emulsification constituent of this invention contains the diglyceride whose 70% of the weight or more of a configuration fatty acid is unsaturated fatty acid 15% of the weight or more. In order to obtain sufficient emulsion stability, the unsaturated fatty acid in the configuration fatty acid of diglyceride is required 70% of the weight or more. The desirable amounts of unsaturated fatty acid are 70 - 100 % of the weight, and further 80 - 100 % of the weight, and its 90 - 100 % of the weight is especially desirable. As the unsaturated fatty acid concerned, carbon numbers 8-24, especially the unsaturated fatty acid of 16-22 are desirable in respect of the physiology effectiveness manifestation of emulsion stability, body fat are recording depressor effect, etc.

[0008] Moreover, it is desirable from the point of said physiology effectiveness manifestation that one sort chosen from omega3 system unsaturated fatty acid, omega6 system unsaturated fatty acid, and omega9 system unsaturated fatty acid as the unsaturated fatty acid concerned or two sorts or more are contained. Here, omega3 system unsaturated fatty acid is unsaturated fatty acid which the first unsaturated bond is located in the 3rd carbon atom from omega grade, and has two or more unsaturated bonds. Although alpha-linolenic acid, a steer RIDON acid, eicosapentaenoic acid, docosa-hexaenoic acid, etc. are mentioned, specifically, especially alpha-linolenic acid is desirable. As for especially the content of alpha-linolenic acid, it is desirable that it is 20 - 60% 15 to 70% in respect of the physiology effectiveness enhancement and oxidation stability. as omega9 system unsaturated fatty acid -- carbon numbers 8-24 -- the oleic acid of 16-22, an eicosa monoene acid, a docosa monoene acid, etc. are mentioned preferably, and especially oleic acid is desirable. As omega6 system unsaturated fatty acid, the linolic acid of carbon numbers 18-22, gamma-linolenic acid, etc. are desirable. 0.01-2.0, and that it is especially 0.1-1.8, and also 0.3-1.7 have [ among these ] the especially desirable content weight ratio of the point of oxidation stability and a bioactive manifestation to linolic acid/oleic acid. as a residual configuration fatty acid -- carbon numbers 8-24 -- the saturated fatty acid of 14-22 is mentioned preferably.

[0009] Although the content of the diglyceride in an oil phase is 15 % of the weight or more from the point of said physiology effectiveness, it is 80 - 95 % of the weight 60 to 95% of the weight still more preferably especially 40 to 95% of the weight more preferably 20 to 98.7% of the weight preferably. Although there are 1 and 2-diglyceride and 1 and 3-diglyceride as diglyceride, 1 and 3-diglyceride is desirable. The neutral fat depressor effect in blood and especially body fat are recording depressor effect are excellent in 1 in fats and oils and 3-diglyceride content being 15 % of the weight or more. Therefore, it is desirable that use diglyceride with the high rate of 1 and 3-diglyceride also in this invention, and the rate of 1 and 3-diglyceride uses 40% of the weight or more of glyceride mixture especially 15% of the weight or more. As for especially the content of the monoglyceride in an oil phase, it is desirable that it is 0.1 - 1.5% further 0.1 to 2% 5% or less in respect of emulsifiability and flavor. As for the configuration fatty acid of a monoglyceride, it is desirable that it is the same as diglyceride in respect of industrial productivity. As for the content of the triglyceride in an oil phase, it is preferably good [ further 2.9 to 57.9% / especially most preferably ] 0 to 78.7% that it is 2.9 - 17.9% in respect of flavor and stability 2.9 to 37.9% 0 to 83.8%.

[0010] The above-mentioned fats and oils can be manufactured by considering an ester exchange reaction as for example, (1) fats and oils and a glycerol, or carrying out an esterification reaction using (2) fatty acids and a glycerol. Either the chemical reaction by the hydroxide catalyst of an alkali (earth) metal or the reaction by the enzyme may be used for these reactions. Since it is easy to cause degradation of fats and oils, such as coloring, at the chemical reaction by the approach of (1) when manufacturing the diglyceride of a high grade industrially, the enzyme reaction by the approach of (2) is desirable. Furthermore, flavor and what has good stability are obtained by refining deoxidation, rinsing, deodorization, etc.

[0011] The fatty acid and partial hydrolysate which understand water by the 20 - 180 weight section in addition steam cracking, or the enzyme, and are obtained to the fats-and-oils 100 weight section as a raw material fatty acid used here are mentioned. Thus, the diglyceride mixture (less than 20 % of the weight of triglycerides, less than 5 % of the weight of monoglycerides) of light color with little discoloration of 80% of the weight or more of a high grade (20 or less [ ROBIBONDO law 10 R+Y value ]) can be obtained with sufficient yield using the fatty acid obtained by carrying out the 1 or 3rd place of an esterification reaction under existence of alternative

lipase and dehydration conditions. Moreover, especially if the fats and oils used as a raw material in this invention are common edible oil and fat, they will not be limited, but the modified fat which gave them besides natural animal-and-vegetable-oils fat an ester interchange, hydrogenation, judgment, etc. is mentioned. Preferably, vegetable oil and those modified fat, such as soybean oil, rapeseed oil, rice bran oil, sunflower oil, cotton seed oil, linseed oil, sesame oil, and corn oil, are used. In this invention, it is desirable to add an anti-oxidant to a constituent. Although any are sufficient as it as long as an anti-oxidant is used for food, its one or more sorts chosen from a natural anti-oxidant, a tocopherol, ascorbic-acid fatty acid ester, and BHT and BHA are desirable, and especially its one or more sorts chosen from a natural anti-oxidant, a tocopherol, an ascorbic acid, and palmitic-acid ester are usually desirable. an anti-oxidant -- an oil phase and the aqueous phase -- although it can blend with both, the addition to an oil phase is desirable. Especially the contents of a desirable anti-oxidant are 50-5000 ppm and further 200-2000 ppm among an oil phase.

[0012] the weight ratio of the oil phase in the oil-in-water type emulsification constituent of this invention, and the aqueous phase -- 1:99-99:1 from the point of emulsifiability, emulsion stability, shelf life, and flavor -- it is preferably desirable 10:90-75:25, and that it is especially 20:80-60:40.

[0013] As plant sterol of a component (I), these fatty acid ester, such as alpha-sitosterol, beta sitosterol, stigmasterol, campesterol, alpha-sitostanol, beta-sitostanol, stigma stanol, campestanol, and cycloartenol, and ferulic acid ester, cinnamic acid ester, a glycoside, etc. are mentioned as a desirable thing from the point of a blood cholesterol level fall operation. It is desirable from points, such as emulsion stability and cost, to use combining the ester object which carried out the ester bond to the fatty acid especially, and the non-ester object which is not esterified, and, as for the mole fraction, 90:10-30:70, especially 80:20-50:50 are desirable.

[0014] Although the content of the component in the oil-in-water type emulsification constituent of this invention (I) is 1.2 - 20 % of the weight from the point of said bioactive manifestation nature and emulsion stability, its 2 - 5 % of the weight is especially desirable 1.2 to 8% of the weight. Although a component (I) can be blended with an oil phase and/or the aqueous phase, its combination to an oil phase is desirable. As for especially the content especially of the component in an oil phase (I), it is desirable from the point of emulsion stability that it is 7 - 12% further 6 to 13% 5 to 20%. In addition, a component (I) is contained in this invention also in this case, although a part may distribute as a minute crystal to the aqueous phase according to that class.

[0015] A component (II) needs to be a with an HLB values [ the point of the emulsion stability of the oil-in-water type emulsification constituent of this invention to ] of ten or more emulsifier. The HLB value of an emulsifier cannot form a stable oil-in-water type emulsification object less than by ten. Desirable HLB values are 10-20, and are 11-16, especially 11-14 more preferably. An HLB value is a value calculated by the formula (J. Soc.Cosmet.Chem., 1,311 (1949)) of Griffin here. Moreover, the HLB value in this invention is an HLB value as the mixture, when two or more sorts of emulsifiers are used, and it can be calculated from the weighted mean of the HLB value of each emulsifier in that case.

[0016] Although one sort chosen from polyglyceryl fatty acid ester, sucrose fatty acid ester, a sorbitan fatty acid ester, and polyoxyethylene sorbitan fatty acid ester or two sorts or more are illustrated as a with a concerned HLB values of ten or more emulsifier, especially PORIGURI selenium fatty acid ester is desirable. As a fatty acid which constitutes an emulsifier here, the thing of carbon numbers 8-24 and also carbon numbers 14-22 is desirable, and especially the saturated fatty acid of carbon numbers 16-20 is the most desirable.

[0017] Although the content of the component in this invention oil-in-water type emulsification constituent (II) needs to be 0.1 - 5 % of the weight from the point of emulsion stability and flavor, it is 0.2 - 3 % of the weight still more preferably 0.2 to 4% of the weight preferably. At less than 0.1 % of the weight, if a stable oil-in-water type emulsification object cannot be prepared but it exceeds 5 % of the weight, flavor peculiar to an emulsifier is sensed and it is not desirable. Although a component (II) can be blended with an oil phase and/or the aqueous phase, its combination to the aqueous phase is desirable. As for the content of the component in the aqueous phase (II), it is especially most preferably desirable from the point of emulsion stability that it is 0.5 - 3% further 0.3 to 4% 0.2 to 5%.

[0018] Emulsifiers other than a component (II), an anti-oxidant, etc. can be blended with the oil-in-water type emulsification constituent of this invention outside said component as an accessory constituent of an oil phase. Moreover, seasonings, such as emulsifiers other than a component (II), an anti-oxidant, salt, sugar, and amino acid, protein, polysaccharide, etc. can be blended with the aqueous phase which makes water a substrate outside said component. It is desirable from the point of shelf life 1-6 and also 2-6, and that pH of the aqueous phase

considers as the acid oil-in-water type emulsification constituent of 3-5 especially. In order to adjust pH of the aqueous phase, acidulants, such as inorganic acids, such as organic acids, such as vinegar, such as rice vinegar, wine-lees vinegar, apple vinegar, and grape vinegar, and/or a citric acid, and a phosphoric acid, and lemon fruit juice, can be used.

[0019] Flavorings, such as speiss and a flavor, a coloring agent, preservatives, a stabilizer, etc. can also be further added to the oil-in-water type emulsification constituent of this invention.

[0020] The oil-in-water type emulsification constituent of this invention contains said component (I) and (II) as an indispensable component, and can manufacture them by using an emulsifier etc., and mixing and stirring the oil phase which mainly contains diglyceride, and the aqueous phase which mainly contains water according to a conventional method. Under the present circumstances, it is good to make preferably 25-95 degrees C of emulsification temperature into 30-80 degrees C in respect of emulsifiability.

[0021] The oil-in-water type emulsification constituent of this invention is extensively applicable to fats-and-oils processing goods, such as dripping of a dressing, a coffee whitener, soup, the source, a drink, and roast meat, whipped cream, and ice cream, and also can be used for drugs, feed, etc. Ten to 50000 mPa-s, the viscosity (measurement depended on the B8H mold viscometer and Tokyo Keiki Co., Ltd. make) of a constituent is not especially obtained conventionally, but especially 500 - 20000 mPa-s and still more desirable stable things, such as the gestalt of 1000 - 10000 mPa-s, for example, an emulsification dressing etc., have it. [ preferably desirable ]

[0022]

[Example] Manufacture of diglyceride content fats and oils: Esterification was performed by 0.07hPa for 40-degree-C 5 hours by making into a catalyst commercial lipase pharmaceutical preparation (trade name: "Lipozyme IM" Novo Indus tree A.S. company make) at least immobilization 1 and whose 3- are selection lipase about the thing 455 weight section and the rapeseed fatty-acid 195 weight section which wintering of the soybean fatty acid was carried out [ section ], and reduced saturated fatty acid, and the glycerol 107 weight section. Subsequently, after filtering lipase pharmaceutical preparation, molecular distillation was performed at 235 degrees C. After rinsing, it deodorized at 235 degrees C for 1 hour, and diglyceride content fats and oils were manufactured. An analysis value is shown in Table 1. Vitamin E (Eisai [ Co., Ltd. ] make: E-mix 50L) was used for 0.02 weight \*\*\*\*\* and the following experiments to this fats-and-oils 100 weight section.

[0023]

[Table 1]

ジグリセリド含有油脂	
グリセリド組成 <sup>1</sup>	重量%
トリグリセリド	12.6
ジグリセリド	86.2
1, 3-ジグリセリド	60.3
1, 2-ジグリセリド	25.9
モノグリセリド (MG)	1.0
遊離脂肪酸 (FA)	0.2
ジグリセリド構成脂肪酸組成 <sup>2</sup>	
C16:0	3.0
C18:0	1.1
C18:1 (ω9)	37.7
C18:2 (ω6)	48.7
C18:3 (ω3)	8.1

\*1: トリメチルシリル化後、ガスクロマトグラフィーで測定

\*2: メチル化後、ガスクロマトグラフィーで測定

[0024] The following emulsifier was used in examples 1-3.

Emulsifier a: Deca glycerol monostearate (HLB value = 12, the TAIYO KAGAKU CO., LTD. make, SunSoft Q-18S)

Emulsifier b: Sorbitan laurate (HLB value = 8.9, the Kao Corp. make, LEO gold super SP-L10)

Emulsifier c: Polyoxyethylene (20) sorbitan monostearate (HLB value = 14.9, the Kao Corp. make, LEO gold TW-S120)

Emulsifier d: Cane-sugar stearic acid ester (HLB value = 15, the Mitsubishi Chemical foods company make, S-

1570)

Emulsifier e: PENTA glycerol TORIMIRI State (HLB value = 8, the TAIYO KAGAKU CO., LTD. make, SunSoft A-143E)

[0025] The following plant sterol was used in examples 1-3.

Plant sterol 1: Phytosterol F (weight average molecular weight 390.9, Tama Biochemical industrial company make)

Plant-sterol 2: CANOLA STERYLESTERS(weight-average-molecular-weight 673.7, ADM company make)

[0026] The evaluation approach of an emulsification object: In the bottle made from PET of capacity 250mL (height of 15.7cm, diameter of 4.5cm), 230mL restoration was carried out and the emulsification object prepared in the examples 1-3 was sealed. What saved this at 20 degrees C on the 1st was made into the sample, and the following approaches estimated.

[0027] (1) Viewing estimated the appearance of an initial emulsifiability sample by the following criteria.

A: In uniform white, emulsifiability is good.

B: There is no oil float, and the part is condensed and gelled although emulsified.

C: An oil float exists in an emulsification object front face, and emulsifiability and \*\* are poor.

D: An oil phase and the aqueous phase dissociate and emulsifiability is poor.

[0028] (2) Emulsion stability (compulsive trial)

Sample 10g was put into 10mL spitz centrifugation tube, and, subsequently 3000 r/min performed at-long-intervals alignment separation for 25 minutes by 25 degrees C and 1000 r/min for 10 minutes using the centrifugal separator (the Hitachi make, himac CR5B-2 mold). The separated amount of oil phases was measured after centrifugal separation, and the volume fraction showed.

[0029] (3) Emulsion stability (after 40 degrees C and 30-day preservation)

The thickness of the oil which separated the sample with which the above-mentioned bottle made from PET was filled up in the sample upper layer after 30-day Hazama standing at 40 degrees C was measured. This numeric value was made into oil off height (mm), and it considered as the index of emulsion stability.

(4) After shaking by hand 10 \*\*\*\*s of the samples with which the bottle made from the viscosity above-mentioned PET was filled up up and down, 110g was put into the glass beaker of capacity 100mL.

Subsequently, viscosity was promptly measured with the B8H mold viscometer (Tokyo Keiki Co., Ltd. make) (20 degrees C, rotor No.5, 5rpm, 30-second value).

[0030] Example 1 French dressing (this invention article 1-6, comparison article 1-4)

85 degrees C was heated for 10 minutes, having prepared the uniform aqueous phase by combination (600g of whole quantity) of Table 2, and stirring by 4000 r/min using an emulsifier (special opportunity-ized industrial company make and T.K.HOMODISPER MODEL 2.5). Subsequently, stirring the aqueous phase by 4000 r/min, it added, and preliminary emulsification was carried out and finishing emulsification was performed for 1 more minute, having applied beforehand the oil phase which carried out the heating dissolution to 80 degrees C for 1 minute, (whenever [ emulsification temperature ] 75-80 degrees C). It saved at 20 degrees C after cooling the obtained emulsification object radiationally on the 1st, and the above-mentioned approach estimated initial emulsifiability and emulsion stability by compulsive trial. Moreover, after saving for 30 days at 40 degrees C, the above-mentioned approach estimated emulsion stability.

[0031] An evaluation result is shown in Table 3. The initial emulsifiability of this invention article 1 and 6 which used Emulsifier a (HLB value = 12) 1%, and emulsion stability were very good. Similarly, the initial emulsifiability of this invention article 2 which used together Emulsifier b (1.15 % of the weight) and Emulsifier c (1.35 % of the weight), and emulsion stability were very good (the HLB value of the emulsifier for which it asked from the weighted mean = 12). The same result was obtained also when plant sterol with many ester objects was used. That is, this invention article 3 which added Emulsifier d (HLB value = 15) 1% of the weight showed good initial emulsifiability and emulsion stability. Moreover, initial emulsifiability also with the very good this invention article 4 which blended Emulsifier a 0.2% of the weight, and emulsion stability were shown. Initial emulsifiability also with the very good this invention article 5 which blended Emulsifier a 1% of the weight, and used plant sterol with many ester objects, and emulsion stability were shown. In the comparison article 2 which, on the other hand, added the comparison article 1 and Emulsifier e (HLB value = 8) which blended Emulsifier a 0.06% of the weight 1% of the weight, condensation and gelation were seen in part by initial emulsifiability, and emulsion stability was not good. An oil phase and the aqueous phase were able to



separate the comparison article 3 which is not adding the emulsifier, and were not able to emulsify it. It was initial emulsifiability, and condensation and gelation were seen in part and the emulsion stability of the comparison article 4 which blended Emulsifier b (HLB value = 8.9) 1.15% of the weight was not good.

[0032]

[Table 2]

フレンチドレッシング配合 (重量部)	本発明品						比較品			
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4
乳化剤 a	1.0	0	0	0.2	1.0	1	0.06	0	0	0
乳化剤 b	0	1.15	0	0	0	0	0	0	0	1.15
乳化剤 c	0	1.35	0	0	0	0	0	0	0	0
乳化剤 d	0	0	1.0	0	0	0	0	0	0	0
乳化剤 e	0	0	0	0	0	0	0	1.0	0	0
水	42.80	41.30	42.80	43.60	42.80	37.83	43.74	42.80	43.80	42.65
食酢 (酸度 1.0%)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	8.64	10.0	10.0	10.0	10.0
上白糖	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	4.3	5.0	5.0	5.0	5.0
レモン果汁	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
食塩	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.0	3.5	3.5	3.5	3.5
グルタミン酸ナトリウム	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
香辛料	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08
クエン酸	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
キサンタンガム	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.04	1.2	1.2	1.2	1.2
水相計	64.0	64.0	64.0	64.0	64.0	55.3	64.0	64.0	64.0	64.0
水相の pH	3.8	3.3	3.3	3.3	3.3	3.3	3.3	3.3	3.3	3.3
植物ステロール 1	3.3	3.3	0.53*	0.53*	0.53*	4.1	3.3	3.3	3.3	3.3
植物ステロール 2	0	0	2.77*	2.77*	2.77*	0	0	0	0	0
ジグリセリド含有油脂	32.7	32.7	32.7	32.7	32.7	40.6	32.7	32.7	32.7	32.7
油相計	36.0	36.0	36.0	36.0	36.0	44.7	36.0	36.0	36.0	36.0

\* 植物ステロール中、非エステル体/エステル体=25/75 (モル%)

[0033]

[Table 3]

フレンチドレッシング	本発明品						比較品			
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4
初期乳化性	A	A	A	A	A	A	D		D	B
乳化安定性 (%) (強制試験)	0	0	8	0	0	0	n. t.	25	n. t.	23
乳化安定性 (オイルオフ) (40℃; 30日) 高さ(mm)	0	0	3	0	0	0	n. t.	9	n. t.	5
粘度 mPa・s	5800	5500	8800	5700	5600	9900	12100	25300	11000	17600

n. t. : 乳化できず、測定不可

[0034] Example 2 Coffee whitener (this invention article 7)

85 degrees C was heated for 10 minutes, having prepared the uniform aqueous phase by combination (600g of whole quantity) of Table 4, and stirring by 4000 r/min using an emulsifier (it is the same as an example 1). Then, after cooling the aqueous phase at 45 degrees C, stirring by 4000 r/min, it added, and preliminary emulsification was carried out and finishing emulsification was performed for 1 more minute, having applied beforehand the oil phase which carried out the heating dissolution to 45 degrees C for 1 minute, (whenever [ emulsification temperature ] 30-35 degrees C). It saved at 20 degrees C after cooling the obtained emulsification object radiationally on the 1st, and the above-mentioned approach (1) and (2) estimated. An evaluation result is shown in Table 5. The initial emulsifiability of this invention article 7 which used Emulsifier b (0.78 % of the weight) and Emulsifier d (0.72 % of the weight), and emulsion stability (compulsive trial) were good (the HLB value of the emulsifier for which it asked from the weighted mean = 12).

[0035]

[Table 4]

コーヒーホワイトナー配合 (重量部)	本発明品
	7
乳化剤b	0.78
乳化剤d	0.72
水	70.0
脱脂粉乳	7.5
カゼインナトリウム	1.0
水相計	80.0
植物ステロール1	1.45
ジグリセリド含有油脂	18.55
油相計	20.0

[0036]

[Table 5]

コーヒーホワイトナー	本発明品
	7
初期乳化性	A
乳化安定性 (%) (強制試験)	4

[0037] Example 3 Cone soup (this invention article 8)

85 degrees C was heated for 10 minutes, having prepared the uniform aqueous phase by combination (600g of whole quantity) of Table 6, and stirring by 4000 r/min using an emulsifier (it is the same as an example 1). Then, after cooling the aqueous phase at 45 degrees C, stirring by 4000 r/min, it added, and preliminary emulsification was carried out and finishing emulsification was performed for 1 more minute, having applied beforehand the oil phase which carried out the heating dissolution to 45 degrees C for 1 minute, (whenever [ emulsification temperature ] 30-35 degrees C). It saved at 20 degrees C after cooling the obtained emulsification object radiationally on the 1st, and the above-mentioned approach (1) and (2) estimated. An evaluation result is shown in Table 7. The initial emulsifiability of this invention article 8 which used Emulsifier a 0.4%, and emulsion stability (compulsive trial) were very good.

[0038]

[Table 6]

コーンスープ配合(重量部)	本発明品
	8
乳化剤a	0.4
水	64.6
乳糖	3.3
スイートコーン粉末	2.1
脱脂粉乳	1.8
上白糖	1.1
$\alpha$ 化デンプン	0.9
食塩	0.5
グルタミン酸ナトリウム	0.2
オニオンエキス	0.1
水相計	75.0
植物ステロール1	1.45
ジグリセリド含有油脂	23.55
油相計	25.0

[0039]

[Table 7]

コーンスープ	本発明品
	8
初期乳化性	A
乳化安定性 (%) (強制試験)	0

[0040]

[Effect of the Invention] The oil-in-water type emulsification constituent containing the diglyceride, plant sterol and a specific emulsifier, and aqueous-phase component of this invention is extremely excellent in emulsion stability.

---

[Translation done.]

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**